

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-194073

(43)Date of publication of application : 03.08.1993

(51)Int.Cl.

C30B 11/00
// H01L 21/208

(21)Application number : 04-147700

(71)Applicant : FURUKAWA ELECTRIC CO LTD:THE

(22)Date of filing : 08.06.1992

(72)Inventor : YOSHIDA KIYOTERU
KIKUTA TOSHIO

(30)Priority

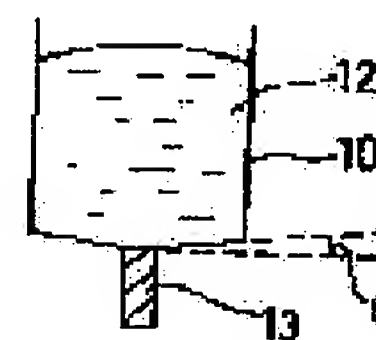
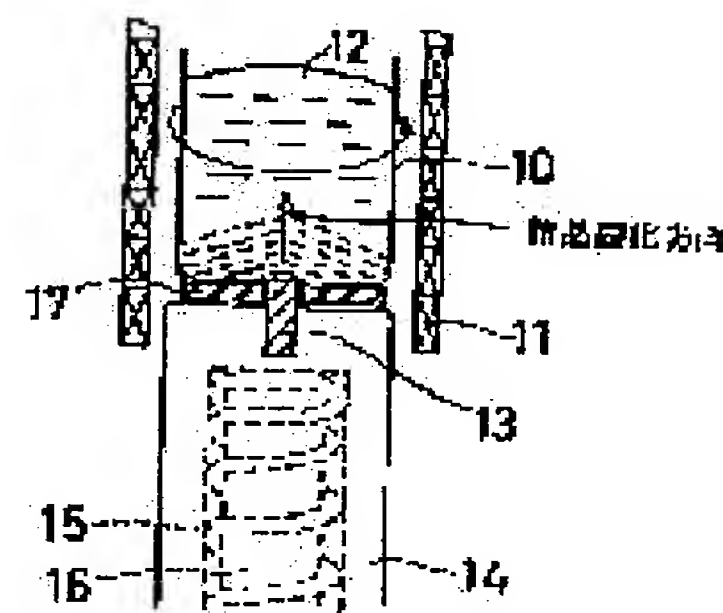
Priority number : 03163705 Priority date : 07.06.1991 Priority country : JP

(54) GROWTH OF COMPOUND SEMICONDUCTOR SINGLE CRYSTAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To efficiently grow a large size single crystal when growing a compound semiconductor single crystal in a vertical crucible by keeping the bottom plane of the crucible almost flat and cooling a molten polycrystal as the raw material from the seed side to the upward in order while controlling so as to exhibit a specified temperature distribution.

CONSTITUTION: A compound semiconductor such as a polycrystalline InP 12 is put in a cylindrical crucible 10 having the bottom plane inclined by an angle γ within a range of -10° to 10° in the horizontal direction and the compound semiconductor is heat melted. The molten InP is rapidly cooled by 6 to 10° C at the part higher than the top part of the seed 13 by controlling a slit heater 11 in the neighborhood of an InP single crystal seed 13 set to the bottom of the crucible and simultaneously controlling a heat sink 14 equipped with a pipe 15 for a cooling medium. Thereby the molten InP is supercooled so that the temperature distribution may be represented by a convex-shaped isothermal line in the direction of the crucible width. Cooling is continued from the top part of the seed 13 toward the upward while forming a thin plate-shaped InP single crystal in a prescribed area so as to grow a monolithic single crystal from the molten polycrystalline InP in the crucible 10.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-194073

(43)公開日 平成 5 年(1993) 8 月 3 日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 3 0 B 11/00	Z	9151-4G		
	C	9151-4G		
// H 0 1 L 21/208	T	7353-4M		

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平4-147700

(22)出願日 平成 4 年(1992) 6 月 8 日

(31)優先権主張番号 特願平3-163705

(32)優先日 平 3 (1991) 6 月 7 日

(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出願人 000005290

古河電気工業株式会社

東京都千代田区丸の内 2 丁目 6 番 1 号

(72)発明者 吉田 清輝

東京都千代田区丸の内 2 丁目 6 番 1 号 古

河電気工業株式会社内

(72)発明者 菊田 俊夫

東京都千代田区丸の内 2 丁目 6 番 1 号 古

河電気工業株式会社内

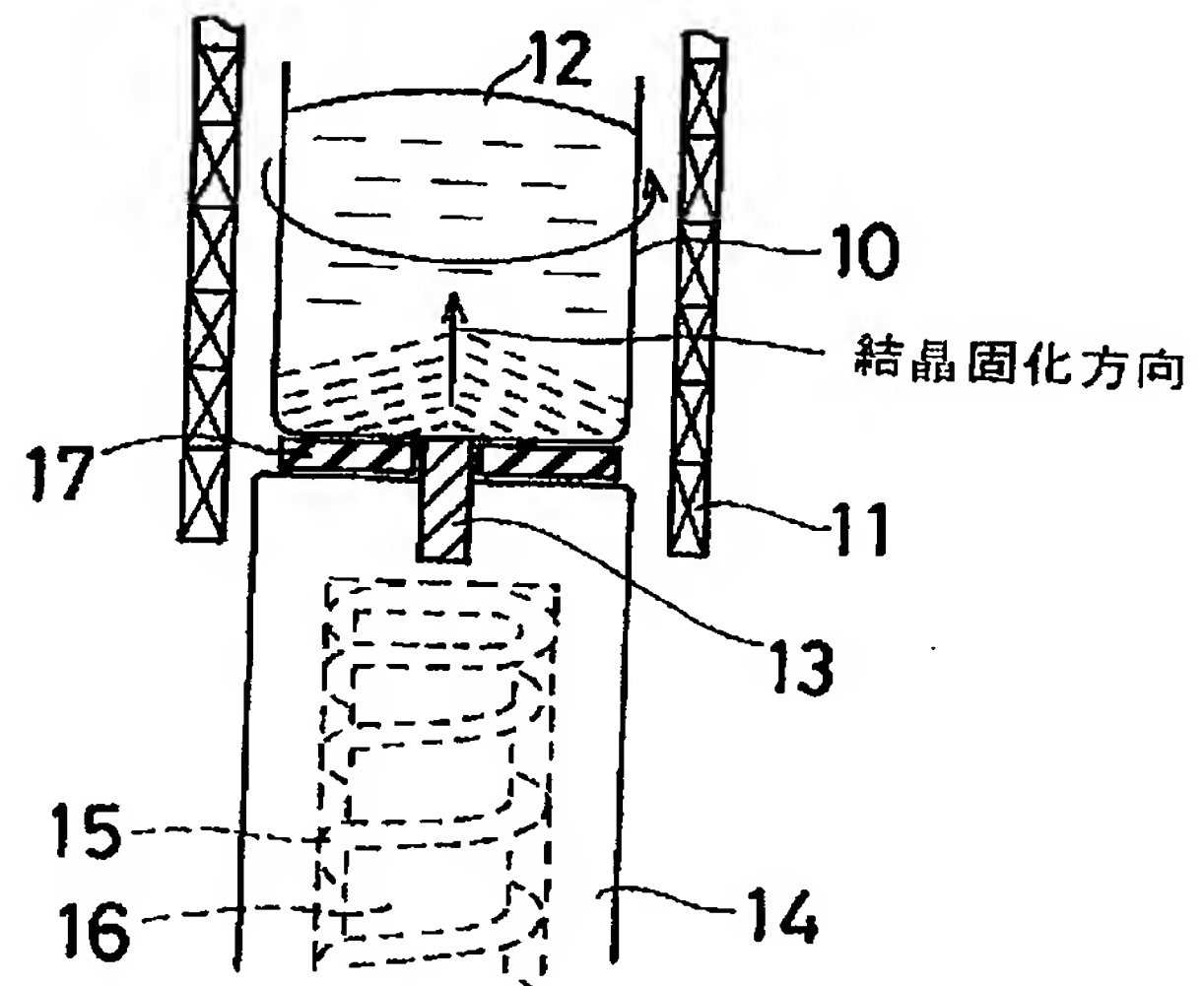
(74)代理人 弁理士 鈴江 武彦

(54)【発明の名称】 化合物半導体の単結晶成長方法

(57)【要約】

【目的】本発明は、シード部から大口径（直径2 インチ以上）の単結晶を成長させることができる化合物半導体の単結晶の成長方法を提供することを目的とする。

【構成】縦型ルツボ内に化合物半導体原料を装填し、縦型ルツボの底部中央にシードを設置して化合物半導体原料を単結晶化する化合物半導体の単結晶成長方法において、縦型ルツボとして底面がほぼフラットであるルツボを使用し、化合物半導体原料を熔融して融液とし、融液の等温面がシード側から融液側に凸状態となるような温度分布を与え、その状態で成長開始時にシード近傍の化合物半導体原料の温度を急峻に下げてその領域を過冷却状態として、シードからほぼ水平な方向に所望の直径となるまで結晶成長させて融液をルツボ下部から上部に向かって高くなるような温度勾配を保持しつつ固化させて単結晶化させることを特徴としている。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 縦型ルツボ内に化合物半導体原料を装填し、前記縦型ルツボの底部中央にシードを設置して化合物半導体原料を単結晶化する化合物半導体の単結晶成長方法において、

前記縦型ルツボとして底面がほぼフラットであるルツボを使用し、

前記化合物半導体原料を溶融して融液とし、

前記融液の等温面が前記シード側から前記融液側に凸状態となるような温度分布を与え、

その状態で結晶の成長開始時に前記シード近傍のみの前記化合物半導体原料の温度を急峻に下げてシード近傍のルツボの最下部付近の領域を局所的に過冷却状態とし

て、前記シードから垂直方向には成長させずに、ほぼ水平な方向に所望の直径となるまで結晶成長させて前記融液を前記ルツボ下部から上部に向かって高くなるような温度勾配を保持しつつ固化させて単結晶化させる化合物半導体の単結晶成長方法。

【請求項2】 縦型ルツボの底面がその底面中央部から水平方向に対して $-10^{\circ} \leq \theta \leq 10^{\circ}$ を満足する角度 θ を有する請求項1記載の化合物半導体の単結晶成長方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、化合物半導体の単結晶を成長させる方法に関する。

【0002】

【従来の技術】縦型の単結晶成長方法のうち、ルツボを用いる成長方法としては、縦型ブリッジマン法（VB法）と縦型温度勾配凝固法（VG F法）が知られている。これらの方法は、図7に示すように、多分割ヒータ33により溶融された化合物半導体原料の融液30を收容し、最下部にシード32が載置されたルツボ31において、図8に示すように、シード32近傍よりルツボの上端方向に温度勾配を徐々につけながら結晶を固化させるものである。この場合、ルツボの構造は、通常、成長初期におけるツインの発生を抑えるために、ルツボ31の下端部34をロート状、すなわちシード32に向かって縮径するような形状としている。例えば、図7に示されるように、ルツボ31の下端部34の角度 θ は、 $\theta = 54.4^{\circ}$ である場合において結晶方位（001）のシードを用いたときに結晶の肩部35に（111）ファセット面が現れ易くなる。このファセット面により内側にツインが発生し易くなる。そのため、ルツボ31の下端部の角度を $\theta < 54.4^{\circ}$ の鋭角としている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、この従来の技術を用いてシード部から大口径（直径2インチ以上）の結晶を成長させようとする場合、シード32近傍よりツインが発生し易い。また、これらの方法は、ルツ

ボ31内の結晶への温度分布の与えかた等に問題がある。したがって、シード部から直に大口径の単結晶を得ることが困難である。

【0004】本発明はかかる点に鑑みてなされたものであり、シード部から大口径（直径2インチ以上）の単結晶を成長させることができる化合物半導体の単結晶の成長方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、縦型ルツボ内に化合物半導体原料を装填し、縦型ルツボの底部中央にシードを設置して化合物半導体原料を単結晶化する化合物半導体の単結晶成長方法において、縦型ルツボとして底面がほぼフラットであるルツボを使用し、化合物半導体原料を溶融して融液とし、融液の等温面がシード側から融液側に凸状態となるような温度分布を与え、その状態で成長開始時にシード近傍の化合物半導体原料の温度を急峻に下げてその領域を過冷却状態として、シードからほぼ水平な方向に所望の直径となるまで結晶成長させて融液をルツボ下部から上部に向かって高くなるような温度勾配を保持しつつ固化させて単結晶化させる化合物半導体の単結晶成長方法を提供する。

【0006】

【作用】本発明においては、底面がほぼフラットであるルツボを使用し、シード近傍（ルツボの底面に設置されたシード先端から上方1cm以内の領域）の温度を ΔT だけ急峻に下げている。この温度降下によりシードは過冷却状態となる。このとき、ルツボ内の融液のルツボ幅方向における温度分布は、等温面がシード側から融液側に凸状態（コンベックス）となるようになる。この過冷却により、ルツボの底面において横方向、すなわちルツボ幅方向に結晶が成長し、ルツボ底面の直径程度の大口径の結晶頭部ができる。この結晶頭部には、ツインが発生しない。この結晶頭部を成長させることにより、直径2インチ以上の大口径の単結晶をツインを発生させることなく成長させることができる。

【0007】

【実施例】以下、本発明の実施例を図面を参照して説明する。

【0008】この実施例においては、化合物半導体としてInPを用いた温度勾配凝固法による単結晶成長について説明する。図1は本発明の方法に使用される装置を示す概略図である。図中10は一端が開口している略円筒形状であるルツボを示す。このルツボ10の底面は、図2に示すように、水平方向に対する角度 θ が $-10^{\circ} \leq \theta \leq 10^{\circ}$ を満足することが好ましい。このルツボ10の直径は目的とする単結晶の直径である2インチ程度に設定されている。ルツボ10の外側には、多分割ヒータ11が載置されている。また、ルツボ10内には、原料として約1.2kgの多結晶InP12が装填されている。ルツボ10の底面の中央部には、結晶方位が（1

00)であるInPシード13が設置されている。InPシード13の下端部は、ヒートシンク14の上部に挿入されている。このヒートシンク14は、高い熱伝導率を有するカーボンからなり、内部には冷却媒体用配管15を巻き付けたカーボン製の治具16が内挿されている。これにより、InPシード13からの放熱を促進している。なお、冷却媒体用配管15に流す冷却媒体としては、N₂ガス、Arガス等の不活性ガス、および水等が用いられる。これらの冷却媒体は、図示しない流量調整手段により適度に調節されて流入される。また、ヒートシンク14の直径は、ルツボ10の直径よりも大きく(直径2インチ以上)設定されている。ルツボ10とヒートシンク14との間であってInPシード13を除く領域には、アルミナ(Al₂O₃)、シリカ(SiO₂)等を主成分とする熱伝導率の低い断熱材からなる熱遮蔽板17が設置されている。これにより、InPシード13からヒートシンク14に熱を効率的に逃がすようになっている。これらはすべて図示しない高圧容器内に設置されている。

【0009】このような構成を有する装置において、多結晶InP12を融点1062℃以上の温度、この場合には1070℃で溶融させると共に、InPシード13を融点以下の温度に保持して融液に溶けないようにする。多結晶InP12が均一に溶融したところで、多分割ヒータ11のInPシード13に近いヒータを制御することにより、図3に示すようにInPシード近傍(ルツボ10の底面に設置されたInPシード先端から上方1cm以内の領域)の温度をΔTだけ急峻に下げる。この温度降下によりInPシードは過冷却状態となる。この場合、ΔTの値は6～10℃とする。これは、ΔT>10℃では過冷却が大きすぎて多結晶が急激に発生してしまい、ΔT<6℃では過冷却が小さすぎて結晶が固化しにくいからである。このとき、ルツボ内の融液のルツボ幅方向における温度分布は、図4に示すように、等温面がシード側から融液側に凸状態(コンベックス)となるようになる。

【0010】この過冷却により、ルツボ10の底面において横方向、すなわちルツボ幅方向に結晶を成長させる。このとき、図5に示すように、InPシード先端から上方1cm以内の領域では、結晶が薄片状に一気に成長する。これにより、ルツボ底面の直径程度の大口径の結晶頭部20ができる。この結晶頭部20には、ツインが発生しない。

【0011】結晶頭部は、図1のルツボ10内の点線で示すように成長していく。この結晶がルツボ10の上端部まで成長したときに、ルツボ10の下方から冷却して単結晶を固化させる。この冷却は、図6に示すように、ルツボ10内の融液が一定の温度勾配(5～15℃/cm)を保持しつつ、順次ルツボ10の下部から冷却されるように多分割ヒータ11を制御して行われる。温度勾

配が5℃/cm未満では融液の温度分布を融液側に凸にするのが難しく、単結晶が成長しにくく、温度勾配が15℃/cmを超えると固化が急激に生じ易くデンドライト(針状結晶)が生じ、多結晶化し易いからである。なお、一定の温度勾配を保持しつつ冷却させる(温度勾配がルツボ下部から上部に向かって移動する)ためには、多分割ヒータ11の制御だけでは不十分である。このため、多分割ヒータ11の制御と同時にヒートシンク14からの放熱量を十分に大きくする必要がある。すなわち、ヒートシンク14内の冷却媒体用配管15に流す冷却媒体の流量を増加してヒートシンク14による放熱を高めながら結晶を固化させる。このような方法により、直径2インチ以上の大口径のInP単結晶をツインを発生させることなく成長させることができる。

【0012】本実施例においては、シードから結晶を横方向に成長させる手段として、シード部近傍の温度を急峻に下げて過冷却状態とすることを採用する場合について説明したが、ルツボを回転させてシード部近傍の温度を急峻に下げることにより、さらに容易にシードから結晶を横方向に成長させることができる。すなわち、ルツボを回転させることにより、ルツボ中心の温度が下がり、融液の温度分布のコンベックスが強くなる。ルツボ回転を強くすればするほど、温度分布のコンベックスが強くなる。温度分布のコンベックスが強くなると、融液の温度を僅かに急峻に下げる(3～4℃)だけで、結晶をルツボ底部において横方向に容易に広げることができる。このルツボの回転と急峻な温度降下を組み合わせた方法は、3インチあるいは4インチの単結晶の成長にも応用できる。

【0013】また、本実施例においては、温度勾配凝固法による単結晶成長について説明したが、本発明は縦型ブリッジマン法による単結晶成長にも適用できる。すなわち、溶融状態の多結晶原料に過冷却を与えてルツボ底面で横方向に広げ、その後ルツボおよびヒートシンクを一体としてそのまま一定速度で下方に移動させて単結晶化させることもできる。

【0014】また、本実施例においては、化合物半導体としてInPを用いたが、化合物半導体としてGaAs、InAs、GaSb、GaP等を用いて大口径の単結晶を成長させることもできる。

【0015】

【発明の効果】以上説明した如く本発明の化合物半導体の単結晶成長方法によれば、単結晶成長の初期段階で大口径の結晶頭部を形成させるので、ツインの発生が抑制でき、大口径の単結晶を効率良く成長させることができる。このため、本発明の方法は、工業上顕著な効果を奏するものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の方法に使用される装置を示す概略図。

【図2】本発明の方法に使用される装置に用いられるル

ツボの他の例を示す概略図。

【図3】シード上端部における温度と時間との関係を示すグラフ。

【図4】シード近傍のルツボ幅方向の温度分布の移動を示す概念図。

【図5】本発明の方法において結晶成長の初期段階を示す概略図。

【図6】結晶成長時の温度分布の移動方向を示すグラフ。

*

*【図7】従来の方法に使用される装置を示す概略図。

【図8】図1に示す装置においてルツボ内の融液の温度勾配を示すグラフ。

【符号の説明】

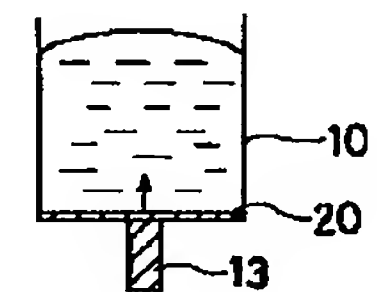
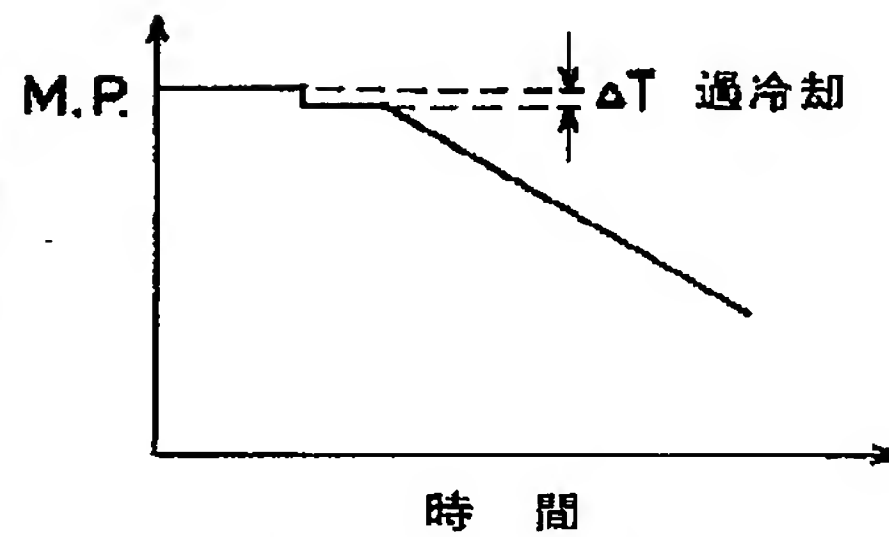
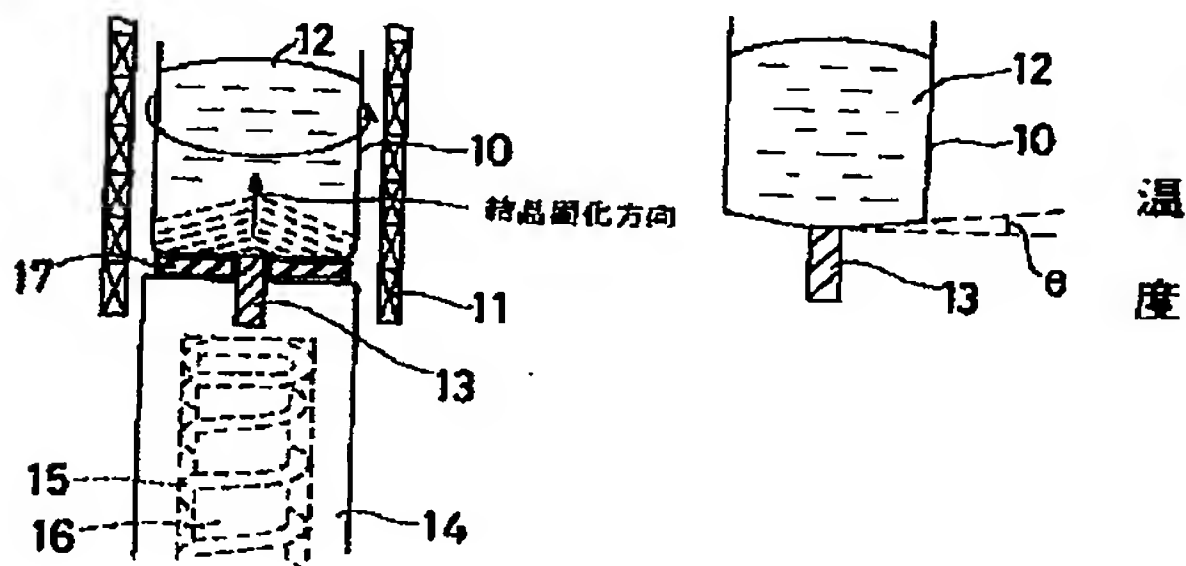
10…ルツボ、11…多分割ヒータ、12…多結晶InP、13…InPシード、14…ヒートシンク、15…冷却媒体用配管、16…治具、17…熱遮蔽板、20…結晶頭部。

【図1】

【図2】

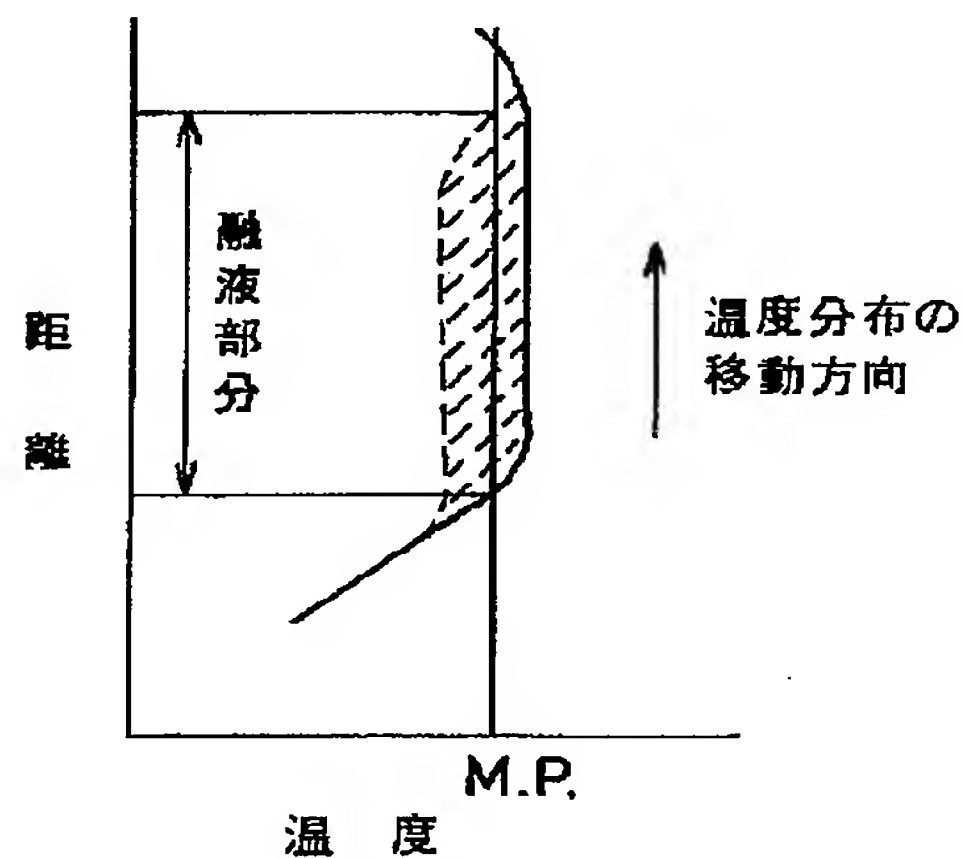
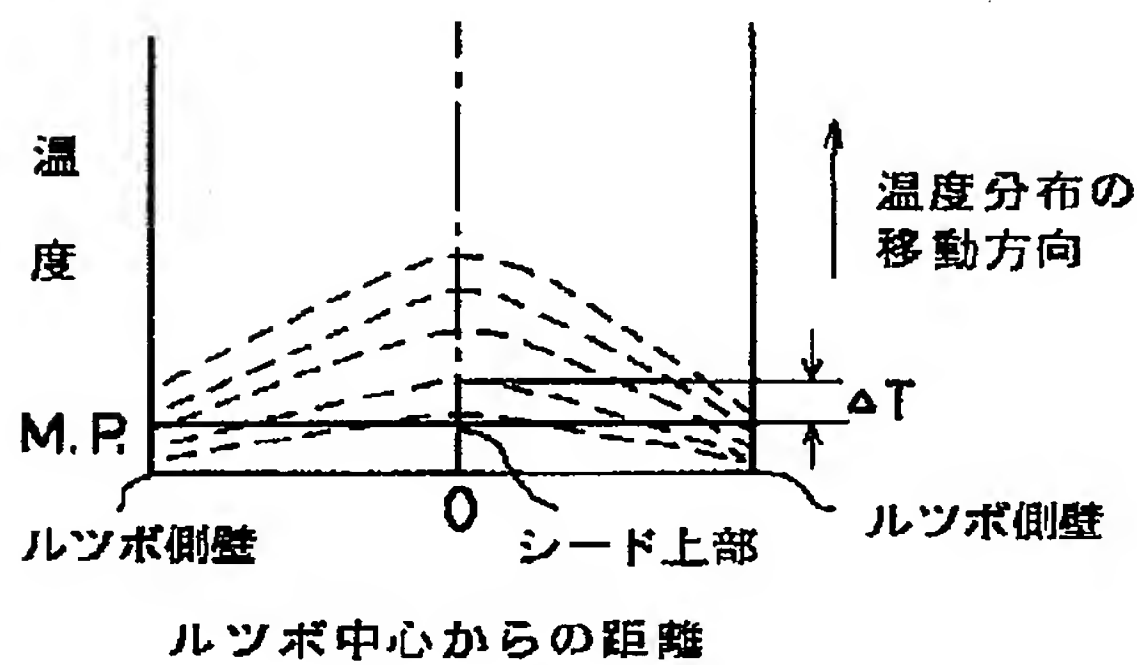
【図3】

【図5】

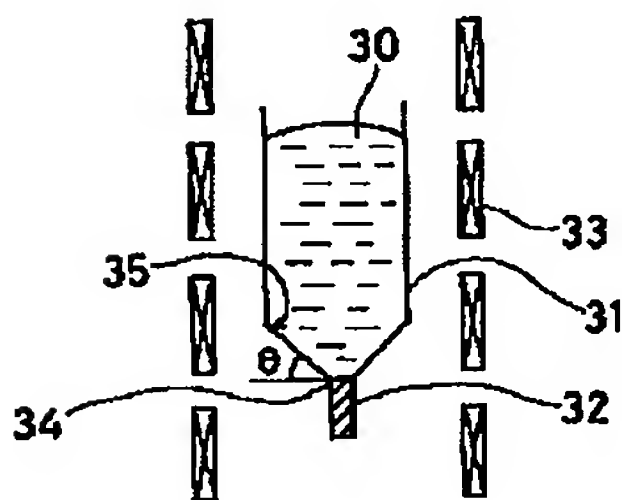


【図4】

【図6】



【図7】



【図8】

